DERWENT-ACC-NO: 1992-344854

DERWENT-WEEK: 199242

COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

TITLE: Mfg. light waveguide type device for use as optical polariser - by forming waveguide pattern on titanium niobate single crystal, and heating in oxidising atmos.

PATENT-ASSIGNEE: PIONEER ELECTRONIC CORP[PIOE]

PRIORITY-DATA: 1991JP-0014502 (February 5, 1991)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO PUB-DATE LANGUAGE PAGES

MAIN-IPC

<u>JP 04249215 A September 4, 1992</u> N/A 005 G02F

001/035

APPLICATION-DATA:

PUB-NO APPL-DESCRIPTOR APPL-NO APPL-DATE
JP04249215A N/A 1991JP-0014502 February 5,

1991

INT-CL (IPC): G02B006/12; G02F001/035

ABSTRACTED-PUB-NO: JP04249215A

BASIC-ABSTRACT: Process comprises forming waveguide pattern of titanium film

on

surface of single crystal of lithium niobate (LiNbO3), (ii) forming light waveguide by titanium diffusion in which the single crystal of lithium niobate crystal is heat-treated and (iii) forming electrode on the single crystal.

crystal is then heat-treated with light waveguide and electrode in oxidative atmos..

By heat-treating the single crystal of lithium niobate with waveguide and electrode in oxidative atmos., the surface of light waveguide reduced in electrode of formation is oxidised to raise the optical damage resistance of the light waveguide.

USE/ADVANTAGE - Obtd. device is used as optical polariser or light modulator, and resistance to optical damage.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.2/5

### TITLE-TERMS:

MANUFACTURE LIGHT WAVEGUIDE TYPE DEVICE OPTICAL POLARISE FORMING WAVEGUIDE PATTERN TITANIUM NIOBATE SINGLE CRYSTAL HEAT OXIDATION ATMOSPHERE

DERWENT-CLASS: L03 P81 V07

CPI-CODES: L03-G02;

EPI-CODES: V07-F01A5; V07-K01A; V07-K03;

SECONDARY-ACC-NO:

CPI Secondary Accession Numbers: C1992-153272

11/19/2000, EAST Version: 1.01.0019

(19)日本国特許庁(JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出顧公開番号

# 特開平4-249215

(43)公開日 平成4年(1992)9月4日

審査請求 未請求 請求項の数1(全 5 頁)

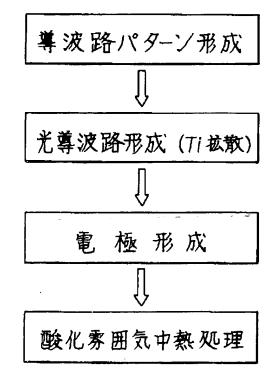
(21)出願番号 特願平3-14502 (71)出願人 000005016 パイオニア株式会社 東京都目黒区目黒1丁目4番1号 (72)発明者 尾上 篤 埼玉県入間郡鶴ケ島町富士見6丁目1番1号 パイオニア株式会社総合研究所内 (72)発明者 宮口 敏 埼玉県入間郡鶴ケ島町富士見6丁目1番1号 パイオニア株式会社総合研究所内 (74)代理人 弁理士 石川 泰男 (外1名)

## (54) 【発明の名称】 光導波路型デバイスの製造方法

## (57) 【要約】

【目的】 光導波路および電極を設けた二オブ酸リチウム (LiNbO。) 単結晶を酸化雰囲気中で熱処理することにより電極形成時に還元された光導波路表面を酸化し、光損傷耐性を高めた光導波路型デバイスを得ることのできる光導波路型デバイスの製造方法を提供する。

【構成】 チタン(Ti)拡散法により光導波路を形成したニオブ酸リチウム(LiNbO;)単結晶上に、電極を形成し、その後、酸化雰囲気中で該ニオブ酸リチウム(LiNbO;)単結晶の熱処理を行なう。



20

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 ニオブ酸リチウム(LiNbOs)単結晶の表面にチタン(Ti)膜の導波路パターンを形成し、その後、該ニオブ酸リチウム(LiNbOs)単結晶の熱処理を行なうチタン(Ti)拡散法により光導波路を形成し、次いで、該ニオブ酸リチウム(LiNbOs)単結晶上に電極を形成する光導波路型デバイスの製造方法において、前記電極を形成してから酸化雰囲気中で熱処理を行なうことを特徴とする光導波路型デバイスの製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

[0001]

【産業上の利用分野】本発明は、光導波路型デバイスの 製造方法に関し、さらに詳しくは、光損傷耐性の高い光 偏向器、光変調器等の光導波路型デバイスを得ることの できる光導波路型デバイスの製造方法に関する。

[0002]

【従来の技術】各種の光エレクトロニクスシステムを構成する上で、外部から加える制御信号に従って光波の強度、位相、進行方向等を変化させることは不可欠となる場合が多い。このため、たとえば光偏向デバイス、光変調デバイス等の光導波路型デバイスに関する研究が進められている。

【0003】従来、これらの光導波路型デバイスは、ニオブ酸リチウム(LiNbOs)単結晶の表面にチタン(Ti)膜を成膜し、その後、該LiNbOs単結晶の熱処理を行なうTi拡散法により光導波路を形成し、次いで、該LiNbOs単結晶上にアルミニウム(A1)電極を形成することにより製造されていた。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしながら、前記の方法により製造された光導波路型デバイスにおいては、可視レーザー光を照射すると、結晶中の不純物(例えば Fe)準位から電子が伝導帯に励起されて+z方向にドリフトし、この途中で励起電子がトラップ準位に落ち込んで結晶中に正に帯電した部分と負に帯電した部分とが生じて空間電界が発生し、電気光学効果により屈折率が変化してしまう現象、すなわち、いわゆる光損傷が生じてデバイスの特性が著しく劣化してしまうという問題があった。

【0005】そこで、本発明者が光導波路型デバイスにおける光損傷について検討を重ねたところ、この光損傷はLINbO。単結晶の表面にAI電極を形成する際に電極材料により光導波路の表面が還元されてしまうことに起因することが判明した。本発明はかかる事情に基づいてなされたものであり、本発明の目的は、光損傷耐性が向上していて所期の特性が劣化することのない光導波路型のデバイスを得ることのできる光導波路型デバイスの製造方法を提供することにある。

[0006]

【課題を解決するための手段】上記目的を達成するための本発明の要旨は、ニオブ酸リチウム(LiNbOa)単結晶の表面にチタン(Ti)膜の導波路パターンを形成し、その後、該ニオブ酸リチウム(LiNbOa)単結晶の熱処理を行なうチタン(Ti)拡散法により光導液路を形成し、次いで、該ニオブ酸リチウム(LiNbOa)単結晶上に電極を形成する光導波路型デバイスの製造方法において、前記電極を形成してから酸化雰囲気中で熱処理を行なうことを特徴とする光導波路型デバイスの製造方法である。

【0007】図1は本発明の製造方法を工程順に示す流 れ図である。図1に示すように、本発明の光導波路型デ パイスの製造方法においては、先ず、LiNbO』単結 晶の表面にTi膜の導波路パターンを形成する。このT 1膜の導波路パターンの形成方法には、たとえば、L1 NbOa単結晶の表面にTi膜を成膜してから通常のフ ォトリソグラフィーによりレジストパターンを形成し、 その後、Tiをエッチングしてパターン化する方法を採 用することもできるし、あるいはレジストなどの反転パ ターンを形成してからTi膜を戊膜し、続いて有機溶剤 に浸すことによりレジストを溶解・除去するいわゆるリ フトオフ法を採用することもできる。なお、TI膜は、 たとえば真空蒸着法、スパッタリング法を好適に採用し て形成することが可能であり、Ti膜の膜厚は、通常、\_ 100~1000 A程度である。なお、光偏向器等の場 合、この等波路のパターンニングはLiNbO: 単結晶 の全面を導波路とするものであっても良い。

【0008】本発明の方法においては、このようにして LiNbOa 単結晶単結晶の表面にTi膜の導波路パタ ーンを形成した後、Tl拡散法により該結晶中に光導波 路を形成する。ここで、Tiの拡散条件は、一般に次の 通りである。すなわち、拡散温度は結晶の分極状態を保 持するためにキュリー温度以下に設定する。具体的に は、900~1100℃である。なお、基板 (LiNb O。 単結晶) を1000℃以上に加熱した場合には、L iO<sub>2</sub> の外拡散が生じるのを防止するために水蒸気を含 ませた酸素ガス、空気等の酸化努囲気中で拡散させる。 ここで、酸化雰囲気を用いるのは、作製される導波路が 光損傷を起しにくい状態とするためである。拡散時間 40 は、通常、数時間~10時間程度である。拡散時間が1 0時間を超えると、LiNbOa 単結晶の欠陥が生じて 光伝送損失が増加することがある。また、拡散は通常炉 心管内で行なうが、レーザーアニールによる加熱も可能 である。

【0009】このようにしてLiNbO。単結晶中にTiを拡散させて光導波路を形成した後、このLiNbO。単結晶上に電極を形成する。ここで、電極材料としては、たとえばアルミニウム(A1)等が挙げられる。電極の形成は、電極材料を用いたリフトオフ法により、所50 望の電極パターンをLiNbO。単結晶上に形成するこ

とにより行なうことができる。電極膜厚は例えばSAW 電極の場合、2000~3000Å程度である。ここ で、導波路上に電極を形成する場合、導波路上に直接金 属膜を形成すると、TMモードを使用する場合に大きな 光吸収が生じるので、電極と光導波路との間にバッファ 一層を設けることが好ましい。このバッファー層は透明 で光導波路よりも屈折率が小さい絶縁膜により形成す る。具体的には、スパッタリング法、CVD法等の方法 により成膜されるSIO2膜、AI2O2膜等によりバ ッファー層を形成することができる。バッファー層の厚 10 さは、たとえばSiOz 膜の場合には1000A程度以 上である。なお、SiOź膜によりパッファー層を形成 する場合、SiOz膜の絶縁性はスパッター膜よりもC VD膜の方が優れていることからCVD法を採用して成 膜することが好ましい。また、このSiО₂ 膜をさらに 高温で酸素アニール処理することも好ましい。一方、導 波路上以外の部位に電極を形成する場合には、電極の密 着性を補償するために電極とLiNbO。 単結晶との間 に、たとえばTi膜を形成することが好ましい。このT i膜の膜厚は、200~300人程度である。

【0010】本発明の方法においては、以上のようにしてLiNbO。単結晶中に光導波路を形成するとともに、該結晶上に電極を形成した後、該結晶につき酸化雰囲気中で熱処理を行なって前記の電極形成時に電極材料によって還元状態にされた導波路表面を酸化して電極を形成する前の状態に戻す。これにより本発明の方法によって製造される光導波路型のデバイスは光損傷耐性が著しく向上したものとなる。

【0011】この熱処理の条件は次の通りである。すな わち、温度は通常300~450℃、好ましくは350 ~400℃である。この温度が300℃よりも低いと、 酸化反応速度が充分でないことがあり、効率の低下を招 くことがある。一方、熱処理温度が450℃よりも高い と、電極の劣化を招くことがある。また、熱処理時間 は、前記の熱処理温度により相違するので一様に決定す ることは困難であるが、通常は3~5時間程度で充分で ある。いずれにせよ、この熱処理においては前記の電極 形成時に還元状態になった導波路表面を酸化して電極形 成前の状態に戻すことが可能であるとともに電極の劣化 を招かない条件を設定する。また、この熱処理は、たと 40 えばO2 ガス等を存在させて酸化努囲気中で行なう。た とえば〇2 ガスを存在させる場合の流量は、熱処理炉の 大きさにもよるが、容積が2リットル程度の場合、通 常、100m1/分~500m1/分程度である。な お、この熱処理は、たとえば図2に示すように、光導波 路および電極を形成したLINDO。単結晶1を電熱炉 10の炉心管11内に設置することにより行なうことが できる。なお、図2中、3はLiNbO。単結晶1上に 形成されたSAW電極である。

【0012】本発明の方法においては、以上のようにし 50

て熱処理を行なって得られる光導波路型デバイスの導波 路の表面状態をより安定なものとするために光導波路型 デバイスの表面に、たとえばS J O2 膜、A I2 O膜等

の酸化物膜を形成しても良い。このような酸化物膜は、たとえばスパッタリング法、CVD法等の方法により形成することが可能であり、その膜厚は、通常、200~300A程度である。

【0013】以上のようにして得られる光導波路型デバ イスは光損傷耐性が著しく向上したものである。

[0014]

【作用】本発明の光導波路型デバイスの製造方法においては、チタン(Ti)拡散法によりニオプ酸リチウム(LiNbO。)単結晶中に光導波路を形成した後、該ニオプ酸リチウム(LiNbO。)単結晶上に電極を形成し、その後、酸化雰囲気中で熱処理を行なう。この酸化雰囲気中での熱処理により、電極形成の際に電極材料により還元された光導波路の表面が酸化され、光導波路の表面は電極形成前の状態となる。したがって、本発明の方法により製造される光導波路型デバイスは、光導波路両の還元状態が解消しているため光損傷耐性が著しく向上したものとなる。

[0015]

【実施例】以下、本発明の実施例として2次元導波路を用いた光偏向器を示し、本発明についてさらに具体的に説明する。 y軸方向にカットしたニオブ酸リチウム単結晶(LiNbOs)を充分に洗浄してから該結晶上の全面にわたって厚さ200Åのチタン(Ti)膜をスパッタリングにより形成した。なお、スパッタリングは、マグネトロン型RFスパッタ装置を使用し、Tiターゲット径10cm、RFパワー100w、Arガス圧2×10-2Torrの条件下で行なった。

[0016] 次いで、拡散温度1000℃、拡散時間7時間、酸素および水蒸気の混合ガス雰囲気中でTi拡散を行なって光導波路を形成した。続いて、このLiNbO。 単結晶表面に、その全面にわたってレジストを1μmの厚さで整布し、露光処理および現像処理を行なってレジストパターンを形成した後、全面に膜厚250人のTi膜を介して厚さ1,750人のA1膜をスパッタリング法により形成した。その後、有機溶剤(アセトン)によりレジストおよび不要なTi膜、A1膜を除去するリフトオフ法を採用してSAW電極を形成した。

【0017】次に、このLiNbO。単結晶につき、温度400℃、O。ガス流量100ml/分の条件で3時間の熱処理を行なって導波長40mmの光導波路型デバイスを作製した。図3はこの光導波路型デバイスを模式的に示す説明図である。この光導波路型デバイスは、図3に示すように、LiNbO。単結晶1中に光導波路2が形成されているとともにLiNbO。単結晶1上にSAW電極3が形成されたものである。

【0018】この光導波路型デバイスにHe-Neレー

5

ザー光(TE。モード)を導波させ、各インプットパワーで5分間導波させた後のアウトプットパワーを測定した。結果を図4に示す。なお、アウトプット光は1.5 mm ゆの絞りを通して検出した。一方、上記光導波路型デバイスの作製において、熱処理を行なわなかった以外は上記光導波路型デバイスの作製と同様にして比較サンプルを作製し、この比較サンプルについて上記と同様にしてインプットパワーとアウトプットパワーとの関係を求めた。結果を図5に示す。

【0019】図4および図5から明らかなように、比較サンプルではアウトプットパワーの低下が見られることから光損傷が発生しているものと推測されるのに対し、本発明の方法により作製された光導波路型デバイスにおいてはアウトプットパワーとインブットパワーとは比例関係を示し、光損傷が生じていないことが確認された。

【発明の効果】本発明によれば、以上の構成としたので、光損傷耐性の著しく向上した光導波路型デバイスを 効率良く得ることのできる光導波路型デバイスの製造方

[0020]

法を提供することができる。

### 【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の光導波路型デバイスの製造方法の工程 の流れを示すフローチャートである。

【図2】本発明の光導波路型デバイスの製造方法における熱処理法の一例を示す説明図である。

【図3】本実施例で製造された光導波路型デバイスの一 例を模式的に示す説明図である。

求めた。結果を図5に示す。 【図4】本実施例で製造された光導液路型デバイスにH 【0019】図4および図5から明らかなように、比較 *10* e‐Neレーザー光を導波させた場合のインブットパワ サンプルではアウトプットパワーの低下が見られること 一とアウトプットパワーとの関係を示すグラフである。

【図 5】比較サンプルにHe-Neレーザー光を導波させた場合のインプットパワーとアウトブットパワーとの関係を示すグラフである。

#### 【符号の説明】

- 1 LiNbOa 単結晶
- 2 光導波路
- 3 SAW電極

